

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-52972

(P2010-52972A)

(43) 公開日 平成22年3月11日(2010.3.11)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO1B 31/04 (2006.01)	CO1B 31/04 1O1Z	4G146
CO1B 31/02 (2006.01)	CO1B 31/02 1O1F	5G301
HO1B 1/04 (2006.01)	HO1B 1/04	5G307
HO1B 5/14 (2006.01)	HO1B 5/14 Z	5G323
HO1B 13/00 (2006.01)	HO1B 13/00 5O3Z	

審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2008-218314 (P2008-218314)
 (22) 出願日 平成20年8月27日 (2008.8.27)

(71) 出願人 000002130
 住友電気工業株式会社
 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
 (71) 出願人 504171134
 国立大学法人 筑波大学
 茨城県つくば市天王台一丁目1番1
 (74) 代理人 100064746
 弁理士 深見 久郎
 (74) 代理人 100085132
 弁理士 森田 俊雄
 (74) 代理人 100083703
 弁理士 仲村 義平
 (74) 代理人 100096781
 弁理士 堀井 豊

最終頁に続く

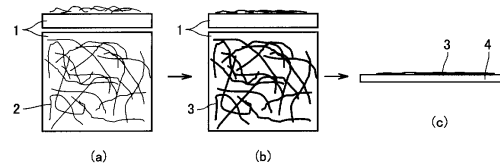
(54) 【発明の名称】 導電性膜、導電性基板、透明導電性フィルムおよびこれらの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低抵抗の複数本のカーボンナノチューブからなるカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜、透明導電性フィルムおよびこれらの製造方法を提供すること。

【解決手段】 基板上に複数本のカーボンナノチューブからなるカーボンナノチューブネットワークが形成され、前記カーボンナノチューブネットワークのカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結された導電性膜に関する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜。

【請求項 2】

請求項 1 記載の導電性膜の製造方法であって、
カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性膜の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 記載の導電性膜の製造方法であって、
カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と、
前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜を G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性膜の製造方法。

10

【請求項 4】

請求項 2 または 3 のいずれか 1 つに記載の導電性膜の製造方法において、
前記カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含む導電性膜の製造方法。

【請求項 5】

基板上に、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜が形成された導電性基板。

20

【請求項 6】

請求項 5 記載の導電性基板の製造方法であって、
基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、
前記カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性基板の製造方法。

【請求項 7】

請求項 5 記載の導電性基板の製造方法であって、
基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、
前記カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と、
前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜を G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性基板の製造方法。

30

【請求項 8】

請求項 6 または 7 のいずれか 1 つに記載の導電性基板の製造方法において、
前記カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含む導電性基板の製造方法。

40

【請求項 9】

樹脂製フィルム上に、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜が形成された透明導電性フィルム。

【請求項 10】

前記樹脂製フィルムの前記導電性膜が形成された面が、熱硬化性樹脂または UV 硬化性樹脂から形成されていることを特徴とする請求項 9 記載の透明導電性フィルム。

【請求項 11】

請求項 9 または 10 のいずれか 1 つに記載の透明導電性フィルムの製造方法であって、
基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、
前記カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を

50

形成する工程と、

前記工程で得られた複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法。

【請求項 1 2】

請求項 9 または 10 のいずれか 1 つに記載の透明導電性フィルムの製造方法であって、基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と

、前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜を G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程と、

前記工程で得られた複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法。

【請求項 1 3】

請求項 1 1 または 1 2 のいずれか 1 つに記載の透明導電性フィルムの製造方法において

、前記カーボンナノチューブネットワークを G a 蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法

【請求項 1 4】

請求項 1 0 記載の透明導電性フィルムの製造方法であって、

請求項 1 1 または 1 2 のいずれか 1 つに記載の透明導電性フィルムの製造方法において

、前記導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程は、前記導電性膜が前記樹脂製フィルムの熱硬化性樹脂または UV 硬化性樹脂から形成されている面に転写されることを特徴とし

、さらに前記熱硬化性樹脂または UV 硬化性樹脂を硬化処理する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、カーボンナノチューブネットワークと G a 蒸気との接触により得られる、グラファイト膜を備えた導電性膜、導電性基板、透明導電性フィルムおよびこれらの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

炭素原子は s p² 混成軌道によって化学結合すると、二次元に広がった炭素 6 員環を平面に敷き詰めた網状構造膜を形成する。この炭素原子の 2 次元平面構造はグラフェンと呼ばれる。特殊な例として、このグラフェンが管状に閉じた構造をなしているものがカーボンナノチューブであり、グラフェン膜が放線方向に積層したものがグラファイトである。

【0003】

カーボンナノチューブは直径 1 μm 以下の太さのチューブ状材料であり、理想的なものとしては炭素 6 角網目の面がチューブの軸に平行になって管を形成し、さらにこの管が多重になることもある。このカーボンナノチューブは炭素でできた 6 角網目の繋り方や、チューブの太さにより金属的あるいは半導体的な性質を示すことが理論的に予想され、将来の機能材料として期待されている。

【0004】

例えば、特許文献 1 ~ 4 には、カーボンナノチューブの組織構造体を形成する手法とし

10

20

30

40

50

て、カーボンナノチューブを分散媒中に超音波などを用いてよく分散させてカーボンナノチューブの分散液を調製し、該分散液を平面基板に滴下して乾燥させると、カーボンナノチューブの薄膜を作製できることが開示されている。しかし、該カーボンナノチューブの薄膜は、カーボンナノチューブ同士は接触のみで接続されているため、接触抵抗が高いという問題がある。

【特許文献1】特開2007-63051号公報

【特許文献2】特開2002-255528号公報

【特許文献3】特開2003-238126号公報

【特許文献4】特開2000-86219号公報

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、上記のような課題を解決するためになされたものであり、この発明の目的は非常に再現性良く、低抵抗の複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜、およびこれを使用した導電性基板、透明導電性フィルム、これらの製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜である。

20

【0007】

本発明は、カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む前記導電性膜の製造方法である。パルクのGaと炭素は相図としては非固溶系である。しかし、ミクロのスケールではGaと炭素の表面では結合が生じ、Ga蒸気自体にグラファイト化反応に対する触媒作用があることを本発明者らは発見した。

【0008】

本発明は、カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜をGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む前記導電性膜の製造方法である。Gaは液体としての原子集合状態ばかりではなく、個別原子がバラバラになった蒸気の状態であっても、アモルファスカーボン表面においてグラファイト構造への変換が起こること、すなわち、アモルファスカーボン表面のグラファイト化反応を起こすことを見いだした。すなわち、本発明は、アモルファスカーボン等の炭素源に対してGa蒸気を作用させることで、その表面をグラファイト化させる工程を含む。なお、本発明においてグラファイト膜とは、1層のグラフェン膜およびグラフェン膜が複数積層されてなるグラファイト膜のいずれも含むものとする。

30

【0009】

本発明に係る導電性膜の製造方法は、前記カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含むことが好ましい。

40

【0010】

本発明は、基板上に、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜が形成された導電性基板である。

【0011】

本発明は、基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性基板の製造方法である。

【0012】

50

本発明は、基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜をGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程を含む導電性基板の製造方法である。

【0013】

本発明に係る導電性基板の製造方法は、前記カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含むことが好ましい。

【0014】

本発明は、樹脂製フィルム上に、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜が形成された透明導電性フィルムである。

【0015】

本発明に係る透明導電性フィルムは、前記樹脂製フィルムの前記導電性膜が形成された面が、熱硬化性樹脂またはUV硬化性樹脂から形成されていることが好ましい。

【0016】

本発明は、基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程と、前記工程で得られた複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法である。

【0017】

本発明は、基板上にカーボンナノチューブネットワークを形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成する工程と、前記カーボンナノチューブネットワークおよび前記工程で得られたアモルファスカーボン膜をGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程と、前記工程で得られた複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程を含む透明導電性フィルムの製造方法である。

【0018】

本発明に係る透明導電性フィルムの製造方法は、前記カーボンナノチューブネットワークをGa蒸気に接触させて前記グラファイト膜を形成する工程の前に、前記カーボンナノチューブネットワークを形成する複数のカーボンナノチューブ同士の接触部を機械的に圧接する工程を含むことが好ましい。

【0019】

本発明に係る透明導電性フィルムの製造方法は、前記導電性膜を樹脂製フィルムに転写する工程は、前記導電性膜が前記樹脂製フィルムの熱硬化性樹脂またはUV硬化性樹脂から形成されている面に転写されることを特徴とし、さらに前記熱硬化性樹脂またはUV硬化性樹脂を硬化処理する工程を含むことが好ましい。

【発明の効果】

【0020】

本発明によれば、カーボンナノチューブネットワークを有する低抵抗の導電性膜およびそれを使用した導電性基板、透明導電性フィルムを得ることができる。

【0021】

本発明による付帯効果として、高い光透過性を挙げることができる。微小粒子等で基板表面に電気伝導性を付与しようとする場合には、細密充填させて基板表面全体を被覆しなければならないが、カーボンナノチューブを用いれば、基板表面全体を被覆する必要がないために、カーボンナノチューブの存在していない基板表面の隙間が多く、光を容易に透過させることができる。

10

20

30

40

50

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を説明する。なお、以下の図面において同一または相当する部分には同一の参照符号を付しその説明は繰り返さない。

【0023】

図1は本発明に係る導電性膜、導電性基板および透明導電性フィルムの製造工程を示す模式図である。初めに図1(a)の通り、基板1上をカーボンナノチューブ2(以下、「CNT」と略称する)を分散したスラリーと接触させることにより、複数本のCNTからなるカーボンナノチューブネットワーク(以下、「CNTネットワーク」と略称する)を形成する。該カーボンナノチューブネットワーク表面にGa蒸気を接触させることにより、CNTネットワークを形成するCNT同士がグラファイト膜で連結された導電性膜3および導電性基板を得る(図1(b))。さらに、該導電性膜3のCNTネットワークが形成された面上に、樹脂性フィルムの熱硬化性樹脂またはUV硬化性樹脂が形成されている面を接触させた後、熱硬化またはUV硬化させることにより、CNTネットワークを樹脂性フィルムに転写し、本発明に係る透明導電性フィルムを得る(図1(c))。

10

【0024】

(カーボンナノチューブ)

カーボンナノチューブ2としては、六角網目のチューブが1枚の構造のシングルウォールナノチューブ(以下、「SWNT」と略称する)でも、多層の六角網目のチューブから構成されているマルチウォールナノチューブ(以下、「MWNT」と略称する)でもよい。一般に、SWNTのほうがフレキシブルであり、MWNTになるとSWNTよりはフレキシブルさが失われ、多層になればなるほど剛直になる傾向にある。SWNTとMWNTとは、その性質を考慮して、目的に応じて使い分けることが望ましい。

20

【0025】

適用可能なカーボンナノチューブの長さとしては、特に限定されるものではないが、一般的に10nm~1000μmの範囲のものが用いられ、100nm~100μmの範囲のものが好ましく用いられる。カーボンナノチューブの直径(太さ)としては、特に限定されるものではないが、一般的に1nm~50nmの範囲のものが用いられ、より透光性が望まれる用途に対しては、3nm~10nmの範囲のものが好ましく用いられる。

【0026】

なお、カーボンナノチューブを基板1に塗布する際には、あらかじめCNTを分散したスラリーを形成しておくことが好ましい。該スラリーは、アセトン中にアーク法で作製したCNTを入れて、超音波を用いてバンドルしたCNTを乖離させ、アセトン中に均一に分散させて作製する。その後、時間をおかず基板1上に噴霧し乾燥させることにより、基板上にCNTネットワークを形成することができる。前記のアセトンに代えて、アルキルベンゼンスルホン酸塩などの界面活性剤、スルホコハク酸ジエステルなどの疎水部-親水部-疎水部の構造を有する溶媒中にも同様にCNTを分散させることができる。この場合は、CNT同士の接触部に分散剤などが挟まることになるので、基板上で乾燥させた後、水またはアセトンなどで分散剤などの付着物を洗浄して除去することが好ましい。

30

【0027】

(カーボンナノチューブネットワーク)

カーボンナノチューブネットワークとは複数のCNTが基板1上でランダムに絡み合いネットワーク化したものである。従来のCNTネットワークでは、CNT同士は接触部の物理的接触でのみ電氣的に接続されているため、電気抵抗が大きかった。本発明においては、CNTネットワークをGa蒸気で処理することで、CNT表面にグラファイト膜が形成され、該グラファイト膜を介してCNT同士が連結される。そのため、CNTネットワークの電気抵抗を低くすることができ、抵抗値の低い導電性膜を得ることができる。

40

【0028】

CNTを基板と接触させCNTネットワークを作製する方法としては、特に限定されず、一般的な塗布方法をいずれも適用することができる。適用可能な塗布方法としては、例

50

えば、スピンコート、ディップコート、カーテンコート、ロールコート、刷毛塗り、スプレーコート等が挙げられる。中でも均質な薄膜状のCNTネットワークを得ることが容易なスピンコートが特に好ましい。

【0029】

(基板)

基板1としては、通常導電性膜の製造に用いられる基板であれば特に制限されないが、例えば、ガラス板、雲母板あるいは石英板等のように透明の材料を用いた場合、導電性基板全体としての透明性を極めて高くすることができる。炭素蒸着や金属蒸着などにより、基板表面に導電性を付与する手法が知られているが、本発明のようにカーボンナノチューブネットワークにより基板1の表面を導電化した場合、カーボンナノチューブで完全に被覆する必要が無く、空隙を有しているため、所定の表面導電率と比較した場合に光の透過率が非常に高い導電性基板を得ることができる。

【0030】

(導電性膜)

本発明に係る導電性膜3とは、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜である。該導電性膜は、CNT同士がグラファイト膜を介して電氣的に接続されているため、抵抗値が低いことが特徴である。

【0031】

(導電性基板)

本発明に係る導電性基板とは、基板1上に複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜3が形成された導電性基板である。該導電性基板は、基板上のCNT同士がグラファイト膜を介して電氣的に接続されているため、抵抗値が低いことが特徴である。

【0032】

(樹脂性フィルム)

樹脂性フィルム4は、通常基板として用いられる透光性の高い樹脂であれば特に制限されないが、導電性膜上に形成されたCNTネットワークの転写を効率的に行なうことができるという観点から、エポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂またはアクリルシロップなどのUV硬化性樹脂などの硬化性樹脂が塗布された高分子(PET)フィルムなどが好ましい。

【0033】

以下に、本発明に係る導電性膜、導電性基板および透明導電性フィルムの製造方法において、CNTネットワーク上にグラファイト膜を形成する工程について詳述する。

【0034】

<実施の形態>

図2は本発明で使用するグラファイト膜生成装置の一例を示す模式的断面図である。

【0035】

(グラファイト膜生成装置)

本発明で使用するグラファイト膜生成装置は、石英反応管6の内部に液体Ga9を充填したアルミナ容器13が配置されている。基板1上に複数のカーボンナノチューブ2からなるCNTネットワークが形成された被処理基板は、前記アルミナ容器13の近傍に設置されている。石英反応管6の外側には反応管用ヒータ7が設置され、石英反応管6内部の温度調整が可能となっている。

【0036】

(被処理基板の作製)

前記基板1としては、通常導電性基板の製造に用いられる従来周知のものを使用できるが、ガラス板、雲母板あるいは石英板等のように透明の材料を用いた場合、導電性膜全体としての透明性を極めて高くすることができる。

【0037】

前記複数のカーボンナノチューブ2からなるCNTネットワークの形成方法としては、

10

20

30

40

50

従来周知の任意の方法を用いることができる。例えば、スピコート、ディップコート、カーテンコート、ロールコート、刷毛塗り、スプレーコート等が挙げられる。中でも均質な薄膜状のCNTネットワークを得ることが容易なスピコートが特に好ましい。その後、前記CNTネットワークに分散剤などの不純物が残留しないために、洗浄することが好ましい。

【0038】

CNT同士が強く接触するように、ローラなどでCNTネットワークを上部より強く圧縮することが好ましい。

【0039】

さらに、グラファイト膜を確実に形成するために、CNTネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成することが好ましい。アモルファスカーボン膜の形成方法としては従来周知の任意の方法を用いることができる。例えば、フェナントレン(C₁₄H₁₀)やピレン、メタンアセチレンなどを熱分解することによりアモルファスカーボン膜を形成してもよいし、電子ビームやイオンビームを用いて炭化水素系ガスを分解する方法を用いてもよい。該アモルファスカーボン膜の厚みは透光性を高めるという観点から、10nm以下が好ましい。

10

【0040】

(導電性膜の製造方法)

はじめに、石英反応管6の内部に前記被処理基板を水平に固定し、ターボポンプによる真空排気を行い、バックグラウンドを 10^{-6} Torr以下に排気する。

20

【0041】

反応管用ヒータ7で加熱することで石英反応管6内部の液体Ga9を気化し、Ga蒸気5の温度を600以上上昇させ、複数のカーボンナノチューブ2からなるCNTネットワークの表面に接触させる。Ga蒸気5の触媒作用を向上させるため、Ga蒸気5の温度は、さらに800以上が好ましい。

【0042】

前記熱処理を10分～1時間行ない、その後再び室温に徐冷する。

前記のGa蒸気5中の熱処理で、前記複数のカーボンナノチューブ2からなるCNTネットワークの表面に、グラファイト膜が形成される。このようにして、基板1上に、複数のカーボンナノチューブ同士がグラファイト膜で連結されたカーボンナノチューブネットワークを有する導電性膜が形成され、導電性基板が得られる。

30

【0043】

(透明導電性フィルムの製造方法)

前記の工程で作製した導電性膜を使用して、透明導電性フィルムを製造する方法について説明する。

【0044】

前記導電性基板のCNTネットワークが形成されている面上に樹脂製フィルムを接触させ、CNTネットワークを樹脂製フィルムに転写する。前記樹脂製フィルムのCNTネットワークと接触する面には、熱硬化性樹脂またはUV硬化性樹脂が塗布されていることが好ましい。次に、該樹脂製フィルムを硬化させることにより、CNTネットワークを該樹脂製フィルムに固着させて透明導電性フィルムを作製する。

40

【実施例】

【0045】

<実施例1, 2, 比較例1, 2>

セラミックス基板を準備し、その上にCNTを分散したスラリーをスプレーで噴霧した後、乾燥させることにより、基板上にCNTネットワークを形成した。

【0046】

実施例1、比較例1については、CNTネットワーク上に平均約5nmのアモルファスカーボン膜をレーザーアブレーションで製膜した。

【0047】

50

次に、実施例 1, 2 について、図 2 に示すグラファイト膜生成装置を使用してグラファイト膜の製造を行なった。

【0048】

長さ 1 m、直径 25 mm の石英管を用意し、石英反応管 6 とした。この石英反応管 6 内に、液体 Ga を充填した直径約 1 cm のアルミナ容器を置き、近傍に基板 1 上に複数のカーボンナノチューブ 2 からなる CNT ネットワークが形成された被処理基板を設置した。

【0049】

はじめに、石英反応管 6 の内部に前記被処理基板を水平に固定し、ターボポンプによる真空排気を行い、バックグラウンドを 10^{-6} Torr 以下に排気した。

【0050】

反応管用ヒータ 7 により、Ga 蒸気 5 の温度を 650 に上昇させ、1 時間の処理を行い再び室温に徐冷した。なお、比較例 1 および 2 は Ga 蒸気での処理を行わない試料基板である。

【0051】

前記 Ga 蒸気中の熱処理で、グラファイト膜が CNT ネットワーク表面に形成された。処理温度と得られた被処理基板のシート抵抗値は表 1 の通りとなった。なお、シート抵抗値は 4 端子法により測定した。

【0052】

さらに、前記グラファイト膜が表面に形成された CNT ネットワークを有する導電性基板に対して、熱硬化性樹脂を CNT ネットワークと接する面に有する樹脂フィルムを上から形成した後、熱硬化させることにより、CNT ネットワークを該熱硬化性樹脂に転写、固着し、透明導電性フィルムを得た。該透明導電性フィルムのシート抵抗値は表 1 の通りとなった。

【0053】

【表 1】

	実施例		比較例	
	1	2	1	2
アモルファスカーボン膜	+	-	+	-
Ga 蒸気処理	+	+	-	-
Ga 処理温度 (°C)	650	650	-	-
処理時間	1 時間	1 時間	-	-
透明導電性フィルムのシート抵抗値 (kΩ/□)	10	20	200	500

【0054】

< 実施例 3, 4、比較例 3, 4 >

ガラス基板を準備し、その上に CNT を分散したスラリーをスプレーで噴霧した後に、乾燥させることにより、基板上に CNT ネットワークを形成した。CNT ネットワークに分散剤などの不純物が残留しないように水およびアセトンで洗浄した。

【0055】

その後、実施例 3、比較例 3 については、有機ガス (フェナントレン ($C_{14}H_{10}$)) 分解を用いて CNT ネットワーク上にアモルファスカーボン膜を形成した。

【0056】

次に、実施例 3, 4 について、図 2 に示すグラファイト膜生成装置を使用してグラファイト膜の製造を行なった。

【0057】

長さ 1 m、直径 25 mm の石英管を用意し、石英反応管 6 とした。この石英反応管 6 内に、液体 Ga を充填した直径約 1 cm のアルミナ容器を置き、近傍に基板 1 上に複数の

カーボンナノチューブ 2 からなる CNT ネットワークが形成された被処理基板を設置した。

【 0 0 5 8 】

はじめに、石英反応管 6 の内部に前記被処理基板を水平に固定し、ターボポンプによる真空排気を行い、バックグラウンドを 10^{-6} Torr 以下に排気した。

【 0 0 5 9 】

反応管用ヒータ 7 により、Ga 蒸気 5 の温度を 750 に上昇させ、10 分間の処理を行い再び室温に徐冷した。なお、比較例 3 および 4 は Ga 蒸気での処理を行わない試料基板である。

【 0 0 6 0 】

前記 Ga 蒸気中の熱処理で、グラファイト膜が CNT ネットワーク表面に形成された。処理温度と得られた被処理基板のシート抵抗値は表 2 の通りとなった。なお、シート抵抗値は 4 端子法により測定した。

【 0 0 6 1 】

さらに、前記グラファイト膜が表面に形成された CNT ネットワークを有する導電性基板に対して、熱硬化性樹脂を CNT ネットワークと接する面に有する樹脂フィルムを上から形成した後、熱硬化させることにより、CNT ネットワークを該熱硬化性樹脂に転写、固着し、透明導電性フィルムを得た。該透明導電性フィルムのシート抵抗値は表 2 の通りとなった。

【 0 0 6 2 】

【表 2】

	実施例		比較例	
	3	4	3	4
アモルファスカーボン膜	+	-	+	-
Ga 蒸気処理	+	+	-	-
Ga 処理温度 (°C)	750	750	-	-
処理時間	10 分間	10 分間	-	-
透明導電性フィルムのシート抵抗値 (kΩ/□)	5	10	300	800

【 0 0 6 3 】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 4 】

【図 1】本発明に係る導電性膜、導電性基板および透明導電性フィルムの製造工程を示す模式図である。

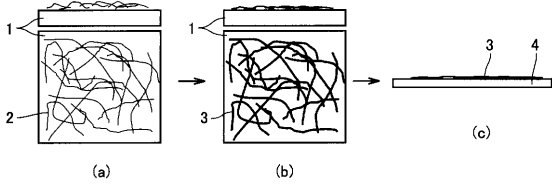
【図 2】本発明で使用するグラファイト膜生成装置の一例を示す模式的断面図である。

【符号の説明】

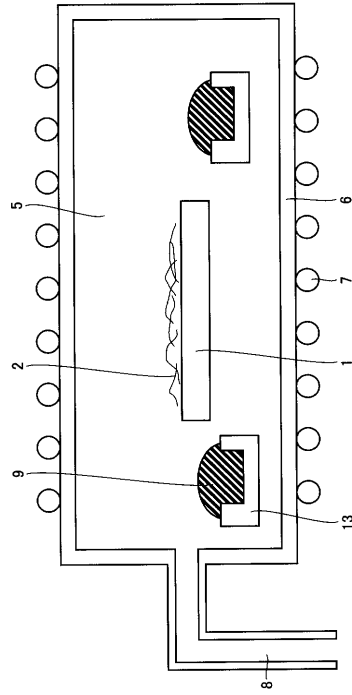
【 0 0 6 5 】

1 基板、2 カーボンナノチューブ、3 カーボンナノチューブネットワーク、4 樹脂製フィルム、5 Ga 蒸気、6 石英反応管、7 反応管用ヒータ、8 真空排気系、9 液体 Ga、13 アルミナ容器。

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(74)代理人 100098316

弁理士 野田 久登

(74)代理人 100109162

弁理士 酒井 将行

(74)代理人 100111246

弁理士 荒川 伸夫

(72)発明者 日方 威

大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

(72)発明者 藤田 淳一

茨城県つくば市天王台一丁目1番1 国立大学法人 筑波大学 内

Fターム(参考) 4G146 AA02 AA11 AA19 AB07 AC20B AD17 AD22 BA01 BA42 BB22
BB23 BC04 BC15 BC22 BC27 BC33B BC41 BC42 BC43 CB11
CB19 CB35
5G301 BA02 BA03
5G307 GA08 GB02 GC02
5G323 AA01